SNI 06-0303-1989

Standar Nasional Indonesia

Garam untuk industri soda elektrolitis

ICS 71.060.50

Badan Standardisasi Nasional

MUTU DAN CARA UJI

GARAM UNTUK INDUSTRI SODA ELEKTROLITIS

1. RUANG LINGKUP.

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh dan cara uji garam untuk industri soda elektrolitis.

2. DEFINISI.

Garam yang dimaksud dalam standar ini adalah Natrium Chlorida (NaCl) yang digunakan sebagai bahan baku industri soda elektrolitis.

3. SYARAT MUTU.

Jenis Uji	Syarat
3.1. Natrium Chlorida (NaCl)	min. 98,5% (d.b).
3.2. A i r	max. 4%
3.3. Kalsium (Ca)	max. 0,1% (d.b).
3.4. Magnesium (Mg)	max. 0,06% (d.b).
3.5. Sulfat (SO_4)	max. 0,2% (d.b).

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH.

Cara pengambilan contoh harus dilakukan sedemikian rupa sehingga dapat diperoleh contoh yang mencerminkan seluruh garam yang akan diperiksa.

5. CARA PENGUJIAN.

5.1. Persiapan contoh untuk analisa.

Lebih kurang 100 gram contoh dihaluskan dalam mortar, lalu cepat-cepat disimpan dalam botol tertutup.

5.2. Kadar Air.

Ditimbang 2 gram contoh dengan teliti dalam botol timbang yang telah dikeringkan terlebih dahulu; lalu dikeringkan pada suhu 140°C selama 1 jam, didinginkan dalam eksikator, ditimbang kembali. Pekerjaan diatas diulangi sampai berat tetap.

$$\text{Kadar Air} = \frac{(\text{Berat semula} - \text{Berat sesudah kering})\ \text{mg}}{\text{mg contoh}} \times 100\%$$

5.3. Pembuatan larutan garam.

Ditimbang 10 gram contoh dengan teliti, lalu dilarutkan dengan air kedalam labu ukur 250 ml, dikocok dengan baik dan ditambahkan air sampai tanda garis (larutan A).

Larutan A ini dipergunakan untuk menetapkan kadar Chlorida (Cl), Sulfat (SO_4). Kalsium (Ca), Magnesium (Mg).

5.4. Kadar Sulfat (SO_4).

Dipipet 25 ml larutan A kedalam labu Erlenmeyer 250 ml diencerkan dengan air sampai 50 ml, ditambah 2 - 3 tetes larutan Asam Chlorida (1 : 1) dan dipanaskan sampai mendidih. Kemudian ditambahkan 10 ml larutan panas Barium Chlorida 10%, dipanaskan sampai mendidih, dibiarkan panas selama 2 jam dalam penangas air.

Endapan disaring dengan kertas saring bebas abu, lalu endapan dicuci dengan air panas sampai bebas Chlorida. Kertas saring serta endapan dikeringkan, lalu dipindahkan kedalam cawan porselin yang sudah diketahui beratnya, dipijarkan pada suhu 800°C sampai berat tetap, lalu ditimbang sebagai Barium Sulfat.

Kadar Sulfat atas dasar wet basis (w.b).

$$= \frac{\text{mg } BaSO_4 \times 0{,}4116 \times \frac{250}{25}}{\text{mg contoh}} \times 100\%$$

Kadar Sulfat atas dasar dry basis (d.b).

$$= \text{Kadar Sulfat (w.b)} \times \frac{100}{100 - \text{kadar air}}$$

5.5. Kadar Kalsium dan Magnesium (Ca dan Mg) dengan komplekson.

Dipipet 50 ml larutan A kedalam labu Erlenmeyer 300 ml dan ditambah 5 ml larutan Hidroksilamin Hidrochlorida 5% dan 30 mg KCN, untuk menghindarkan gangguan ion Fe, Al dan Cu yang mungkin terdapat. Setelah ditambah 3 tetes indikator EBT, kemudian dititrasi dengan larutan EDTA sampai warna tepat berubah dari merah menjadi biru.
Kadar Kalsium dan Magnesium dihitung sebagai Kalsium (w.b)

$$= \frac{\text{ml EDTA} \times \text{titar} \times 40{,}08 \times \frac{250}{50}}{\text{mg contoh}} \times 100\%$$

Kadar Kalsium dan Magnesium dihitung sebagai Kalsium (d.b).

$$= \text{Kadar Kalsium dan Magnesium dihitung sebagai Kalsium (w.b)} \times \frac{100}{100 - \text{kadar air.}}$$

5.6. Kadar Kalsium (Ca) dengan komplekson.

Dipipet 50 ml larutan A kedalam labu Erlenmeyer 300 ml, ditambah 1 ml larutan Natrium Hidroksida 4N, dan lebih kurang 50 mg indikator Murexide, lalu dititar dengan larutan standar EDTA sampai warna merah berubah menjadi ungu.

$$\text{Kadar Kalsium (w.b)} = \frac{\text{ml EDTA} \times \text{titar} \times 40{,}08}{\text{mg contoh}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Kalsium (d.b)} = \text{Kadar Kalsium (w.b)} \times \frac{100}{100 - \text{kadar air.}}$$

5.7. Kadar Magnesium (Mg).

Untuk menghitung Kadar Magnesium dipergunakan rumus :

$$\text{Kadar Magnesium (w.b)} = \left\{ \text{Kadar (Ca + Mg)} - \text{Kadar Ca} \right\} \times \frac{24{,}312}{40{,}08} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Magnesium (d.b)} = \text{Kadar Magnesium (w.b)} \times \frac{100}{100 - \text{kadar air}}$$

Pereaksi untuk Penetapan-penetapan diatas :

5.7.1. Indikator EBT (Eriochrome Black T).

0,5 gram EBT dan 4,5 gram Hidroksilamin Hidrochlorida dilarutkan dalam 100 ml Etanol absolut.

5.7.2. Larutan Buffer.

16,9 gram Amonium Chlorida (NH_4Cl) dilarutkan dalam 143 ml Amonium Hidroksida (NH_4OH) pekat dan diencerkan dengan air sampai volume 250 ml.

5.7.3. Larutan Hidroksilamin-Hidrochlorida 5%.

5 gram Hidroksilamin-Hidrochlorida ($NH_2OH.HCl$) dilarutkan dalam 100 ml air.

5.7.4. Larutan EDTA (Ethylene Diamine Tetra Acetic Acid).

3,723 gram EDTA dilarutkan dengan air dalam labu ukur 1000 ml sampai tanda garis. Kemudian larutan ini ditentukan molaritasnya dengan Kalsium Karbonat.
Larutan Kalsium Karbonat dibuat dengan melarutkan 1 gram $CaCO_3$ dengan sedikit HCl (1 : 1) dan kemudian diencerkan dengan air sampai tepat 1000 ml.
(1 ml $CaCO_3$ = 1 mg $CaCO_3$).

5.8. Kadar Kalsium (Ca) cara lain.

Dipipet 25 ml larutan A kedalam gelas piala, ditambahkan 25 ml air, lalu ditambah 10 ml larutan Amonium Chlorida 10%, ditambah beberapa tetes larutan Amonia 6N, dididihkan beberapa menit. Kemudian ditambahkan 10 ml larutan Kalium Oksalat 1N, dididihkan sesaat dan endapan Kalsium Oksalat yang terbentuk disaring, dicuci dengan air panas sampai bebas chlorida (air saringan dan air pencuci dikumpulkan untuk penetapan Mg).
Endapan serta kertas saring dipindahkan kedalam gelas piala, ditambah 20 ml larutan Asam Sulfat 3N, ditambah air sampai 50 ml. Dipanaskan pada suhu 60 sampai 70° C dan dititar panas-panas dengan larutan Kalium Permanganat 0.04N.

$$\text{Kadar Kalsium (w.b)} = \frac{\text{ml } KMnO_4 \times \text{titar} \times 20{,}04 \times \frac{250}{25}}{\text{mg contoh}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Kalsium (d.b)} = \text{Kadar Kalsium (w.b)} \times \frac{100}{100 - \text{kadar air}}$$

5.9. Kadar Magnesium (Mg) Cara lain.

Saringan dari penetapan Kalsium diuapkan, tinggal 50 ml, ditambah 2 ml larutan Amonia pekat, kemudian diikuti dengan penambahan 10 ml larutan Natrium Pospat 10% sambil diaduk. Biarkan selama 2 jam sambil sesekali diaduk.
Endapan disaring dan dicuci dengan larutan Alkohol 70% sampai menunjukkan netral terhadap kertas lakmus.
Endapan serta kertas saring dipindahkan kedalam gelas piala, ditambah 25 ml air dan 2 - 3 tetes indikator Merah metil. Lalu dititar dengan larutan Asam Sulfat 0,1N.

$$\text{Kadar Magnesium (w.b)} = \frac{\text{ml } H_2SO_4 \text{ x titar x } 243{,}12 \text{ x } \frac{250}{25}}{\text{mg contoh}} \text{ x } 100\%$$

$$\text{Kadar Magnesium (d.b)} = \text{Kadar Magnesium (w.b) x } \frac{100}{100 - \text{Kadar Air}}$$

5.10. Kadar Chlorida (Cl).

Dipipet 25 ml larutan A kedalam labu Erlenmeyer 250 ml, diasamkan dengan beberapa tetes larutan Asam Nitrat (1:1) sampai larutan bereaksi asam terhadap indikator Merah Metil. Dinetralkan dengan Natrium Bikarbonat, diencerkan dengan air sampai lebih kurang 100 ml, ditambah 2 - 3 tetes larutan Kalium Chromat 5%, kemudian dititar dengan larutan Perak Nitrat 0,1N sampai berwarna merah coklat.

$$\text{Kadar Chlorida (w.b)} = \frac{\text{ml } AgNO_3 \text{ x titar x } 35{,}5 \text{ x } \frac{250}{25}}{\text{mg contoh}} \text{ x } 100\%$$

$$\text{Kadar Chlorida (d.b)} = \text{Kadar Chlorida (w.b) x } \frac{100}{100 - \text{kadar air}}$$

5.11. Menghitung Kadar Natrium Chlorida (NaCl).

Jika terdapat unsur-unsur Magnesium (Mg), Kalsium (Ca) dan Sulfat (SO_4) selain Chlorida (Cl) maka kadar NaCl dihitung sebagai :

5.11.1. Sulfat pertama-tama dihitung sebagai Kalsium Sulfat ($CaSO_4$) dan selebihnya sebagai Magnesium Sulfat ($MgSO_4$). Kelebihan Magnesium (Mg) dihitung sebagai Magnesium Chlorida ($MgCl_2$) dan sisa dari Chlorida dihitung sebagai NaCl.

Contoh perhitungan :

$$\% CaSO_4 = \% Ca \text{ x } \frac{CaSO_4}{Ca}$$

$$\% MgSO. = (\% SO_4 - \% CaSO_4 \text{ x } \frac{SO_4}{CaSO_4}) \frac{MgSO_4}{SO_4}$$

$$\% MgCl_2 = \% Mg - (\% MgSO_4 \text{ x } \frac{Mg}{MgSO_4} \text{ x } \frac{MgCl_2}{Mg}$$

$$\% NaCl = \% Cl - (\% MgCl_2 \text{ x } \frac{Cl_2}{MgCl_2} \text{ x } \frac{NaCl}{Cl}).$$

5.11.2. Jika kadar Kalsium sesudah dihitung sebagai Kalsium Sulfat ($CaSO_4$) masih tersisa maka Kalsium dihitung sebagai Kalsium Chlorida ($CaCl_2$).
Magnesium (Mg) dihitung sebagai Magnesium Chlorida ($MgCl_2$) dan sisa Chlorida sebagai NaCl.

5.11.3. Jika kadar Sulfat sesudah dihitung sebagai Kalsium Sulfat ($CaSO_4$) dan Magnesium Sulfat ($MgSO_4$) masih merupakan kelebihan, maka sisa Sulfat dihitung sebagai Natrium Sulfat (Na_2SO_4) dan semua Chlorida dihitung sebagai NaCl.

Keterangan :

Berat Atom : Ca = 40,08
Mg = 24,312
Cl = 35,453
Na = 22,9898

Berat Molekul:
$CaSO_4$ = 136,14
$MgSO_4$ = 120,37
$MgCl_2$ = 95,22
NaCl = 58,44
CaCl = 110,986
Na_2SO_4 = 142,04
SO_4 = 96,06.